

LIVING BODY-RESTORING MEMBER MADE OF TITANIUM OR TITANIUM ALLOY AND ITS SURFACE TREATMENT

Patent Number: JP3146679
Publication date: 1991-06-21
Inventor(s): KAWAHARA HARUYUKI; others: 02
Applicant(s): HARUYUKI KAWAHARA; others: 01
Requested Patent: ☐ [JP3146679](#)
Application Number: JP19890282570 19891030
Priority Number(s):
IPC Classification: C23F1/26; A61C8/00; A61F2/28; A61L27/00; B24B1/00
EC Classification:
Equivalents: JP2930619B2

Abstract

PURPOSE:To make irregular fine recesses in the surface of at least the embedded part of a living body-restoring member made of Ti or Ti alloy and to enhance the adhesive strength of the member to tissue by immersing the member in an aq. HF soln. and treating it with a mixed aq. soln. contg. HF and H₂O₂.

CONSTITUTION:The surface of at least the embedded part of a living body-restoring member for dentistry or surgery made of Ti or Ti alloy is pretreated by immersion in a 1-6 wt.% aq. HF soln. for 30sec-3min. The pretreated surface is then treated by immersion in an aq. soln. prepd. by mixing a 1-6% aq. HF soln. with a 1-10% aq. H₂O₂ soln. for 10-60sec. By this treatment, irregular fine recesses of 1-10µm average diameter and 0.5-5µm average depth are made in the surface of at least the embedded part and a certain anchoring effect can be produced between the surface of the restoring member and bone tissue, etc.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

BEST AVAILABLE COPY

⑫ 公開特許公報(A) 平3-146679

⑪ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)6月21日

C 23 F 1/26
 A 61 C 8/00
 A 61 F 2/28
 A 61 L 27/00
 B 24 B 1/00

Z 7179-4K
 7108-4C
 7603-4C
 L 6971-4C
 M 6971-4C
 8813-3C

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全8頁)

⑭ 発明の名称 チタンもしくはチタン基合金製生体修復部材及びその表面処理法

⑮ 特 願 平1-282570

⑯ 出 願 平1(1989)10月30日

⑰ 発 明 者 川 原 春 幸 大阪府守口市東光町1丁目28
 ⑰ 発 明 者 野 村 裕 神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎511-3-201
 ⑰ 発 明 者 塚 本 精 一 神奈川県高座郡寒川町岡田982-2
 ⑰ 出 願 人 川 原 春 幸 大阪府守口市東光町1丁目28
 ⑰ 出 願 人 東邦チタニウム株式会社 東京都港区港南2丁目13番31号
 ⑰ 代 理 人 弁理士 松野 英彦

明 細 書

(産業上の利用分野)

1. 発明の名称

チタンもしくはチタン基合金製生体修復部
 材及びその表面処理法

2. 特許請求の範囲

1. チタンもしくはチタン基合金製生体修復部
 材の少なくとも埋入部表面を酸処理によって平均
 孔径1~10 μ m、平均深さ0.5~5 μ mの不
 定形の微細な凹みを設けて成るチタンもしくはチ
 タン基合金製生体修復部材。

2. 上記酸処理が前処理として1~6wt%濃
 度のフッ化水素酸(HF)水溶液に上記埋入部表
 面を30秒~3分間浸漬処理をすること、続いて
 後処理として1~6wt%濃度のフッ化水素酸水
 溶液と1~10wt%濃度の過酸化水素(H₂O₂)
 液との混合水溶液に10~60秒浸漬処理をする
 ことよりなる請求項1記載のチタンもしくはチタ
 ン基合金製生体修復部材の表面処理法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は歯科、外科等の医療分野に於て用いる
 チタンもしくはチタン基合金製生体修復部材、と
 りわけインプラント部材、例えば人工関節、骨接
 合部材、人工骨、人工歯根、義歯等の改良に關す
 る。

(従来の技術)

生体内に埋設される上記生体修復部材の表面と
 生体組織との界面に於ける初期接着は部材表面の
 性状によって異なる。即ち、凹凸のない鏡面場
 合は骨との結合力が低く当該組織による部材の支
 持が不充分である。之に対して凹凸をもった粗面
 の場合は骨が細隙内に侵入・増殖して微少投錨効
 果(マイクロアンカーリング)を得ることがで
 き、部材の骨内支持が強力なものとなる。また比
 較的早期に必要な初期接着強度が得られる。この
 意に於て修復部材の表面に粗面加工を行なう技術
 は従来より採用されてきた所である。すなわち、
 最も一般的な方法として機械加工による養肌のみ
 か部材の表面にプラズマ溶射による粗面加工を

行なうことがなされてきた。しかし、前者の場合の欠点としては金属製加工工具（切削、研磨用等）からの異種金属が部材表面に転移して生体組織を汚染することが挙げられ、後者の場合は加工工程が複雑で加工費も高む。このような点に鑑み特開昭55-120864によって金属製修復部材表面に10nm～1000nm（0.01μm～1μm）の超微細毛孔を形成する試みが提案されたが、このような超微細毛孔を形成する加工技術は極めて面倒複雑でコスト高となり、また細胞との結合力も必ずしも充分ではない、と云う問題をなお残している。

（発明が解決しようとする課題）

本発明は凡そ上記問題点の除去に鑑みなされたもので、チタンもしくはチタン基合金製生体修復部材の表面と骨組織との微少投着効果を確立するためには細胞の初期部材の表面接着が優れた粗面構造を作成する必要がある。しかもその粗面構造の作成方法は簡易で生産性が良く安価である上に面粗度をコントロールし易い生体修復部材並びに

その表面処理法をここに提供せんとするものである。

（課題を解決するための手段）

本発明はチタンもしくはチタン基合金製生体修復部材の少なくとも埋入部表面を酸処理によって平均孔径1～10μm、平均深さ0.5～5μmの不定形の微細な凹みを設けて成るチタンもしくはチタン基合金製生体修復部材に関する。本発明はまた、上記酸処理が前処理として1～6wt%濃度のフッ化水素酸（HF）水溶液に上記埋入部表面を30秒～3分間浸漬処理をすること、続いて後処理として1～6wt%濃度のフッ化水素酸水溶液と1～10wt%濃度の過酸化水素（H₂O₂）液との混合水溶液に10～60秒浸漬処理をすることよりなるチタンもしくはチタン基合金製生体修復部材の表面処理法に関する。

（作用）

前処理としてのフッ化水素酸（HF）水溶液はチタンもしくはチタン基合金製生体修復部材の表面酸化膜はもとより加工工程中に受けた異種金属

の汚染を十分に洗浄化し得ると共に後記の限定条件のものを用いることによって平均孔径1～10μm、平均深さ0.5～5μmの不定形の微細な凹みを多設することができる。またHF濃度、浸漬時間の調整により上記孔径、深さを可変して面粗度をコントロールすることが可能である。HFの濃度を1～6wt%の範囲のものとするのは1%未満の場合は孔径が1μmに達せず、6%を超えると逆に大きくなって10μmを超えてしまうからである。而して平均孔径が1μm未満の場合は細胞の接着力が低くなり、10μmを超えると組織細胞（その大きさは10～100μmと云われている）より大きくなる場合があり、この場合は細胞が凹みの谷底に付着して山部を跨がないので接着強度が十分に得られないと云う理由による。平均深さが0.5～5μmの範囲である理由は0.5μmを下廻る時は骨と部材間における投着効果が減少し、5μmを上廻る場合は投着力はあがるものの凹みの稜線部にシャープエッジや尖鋭とげが出来易く、組織刺激性（発癌的には発癌のトリ

ガーとなる）が出てくるからである。浸漬時間を30秒～3分としたのは、30秒未満の場合は凹みの深さが浅すぎて処理前の汚染層を十分に除去しきれない傾向があり、3分を超えると凹みの深さが深くなりすぎて前記したようにシャープエッジや尖鋭とげが多くなるためである。

後処理としてのHF及びH₂O₂混合水溶液浸漬は前処理によって形成された微細な凹みに発現するシャープエッジ、尖鋭とげをなめらかにする作用をなす。後の実施例でも述べる如くこの混合水溶液に代ってH₂O₂水溶液単味の場合はシャープエッジ、尖鋭とげの平滑化に役立たない。H₂O₂の濃度を1～10wt%としたのは、1wt%未満の場合はHF単味と同じ程度の効果、即ちシャープエッジ、尖鋭とげの除去作用が不充分であり、10wt%を超えると孔径を大としてしまい新しいシャープエッジ、尖鋭とげが発現し易い傾向となるからである。浸漬時間を10～60秒としたのは10秒に満たないときは効果が不充分であり、逆に60秒より長くなるとシャープエッジ、尖鋭

とげが現われてくるからである。

(実施例)

以下に本発明の実施例を比較例及び実験例とも
ども表1に示す。

(以下余白)

(表 1)

試料 № 及び属性	表 面 処 理 内 容	表面粗さ測定結果				電子顕微鏡観察結果 〔なお数値は凹みの孔径 (差し渡し内径)を示す〕	目視観察結果
		測定距離0.25mm		測定距離0.80mm			
		Rz(μm)	Rmax(μm)	Rz(μm)	Rmax(μm)		
比較例1	表面処理前の試料	0.3	0.6	0.6	2.1	研磨面に打痕、クレパス、あるいは隠蔽された穴がある。	一見粗面 (多少打痕有り)
比較例2	4%HF 1分間 後処理なし	1.3	2.9	2.4	3.5	2μm~3μmのビットが多く見られるが、シャープエッジや尖鋭とげがある。	銀灰色 (やや黄ばみ)
実施例1	4%HF 30秒間、4%HF+8% H_2O_2 後処理 15秒間	1.4	2.6	2.5	3.2	2μm~5μmのビットが多く見られ、シャープエッジが若干あるが尖鋭とげはない。	銀白色
実施例2	4%HF 1分間、4%HF+8% H_2O_2 後処理 15秒間	1.3	2.6	2.4	3.3	2μm~5μmのビットが多く見られ、シャープエッジや尖鋭とげはない。	銀白色
実施例3	4%HF 2分間、4%HF+8% H_2O_2 後処理 15秒間	1.8	3.2	2.9	4.8	2μm~10μmのビットが多く見られ大きなビットの中に1-3μmの小さなビットが見られる。シャープエッジ、尖鋭とげはない。	銀白色
実施例4	2%HF 1分間、4%HF+8% H_2O_2 後処理 15秒間	1.4	3.4	2.4	3.4	1μm~3μmのビットが多く見られシャープエッジが若干みられる。	銀白色
実施例5	8%HF 1分間、4%HF+8% H_2O_2 後処理 15秒間	2	4.2	3	4.5	2μm~10μmのビットが多く見られ、大きなビットの中に2-5μmの小さなビットが見られる。シャープエッジ、尖鋭とげは若干みられる。	銀白色
実験例1	4%HF 1分間、8% H_2O_2 後処理 1分間	1	1.8	2	3.3	0.5μm~4μmのビットが多く見られるが、シャープエッジがある。尖鋭とげもある。	銀灰色 (やや黄ばみ)
実験例2	4%HF 1分間、8% H_2O_2 後処理 15秒間	1.1	1.9	2.6	3.6	0.5μm~4μmのビットが多く見られるが、シャープエッジがある。尖鋭とげもある。	銀灰色 (やや黄ばみ)

(註)

1. 測定距離とは試料の傾方向についての測定に關した距離を示す。
2. Rzとは各測定距離内の凹みの山部を5ヶ、谷部を5ヶ、合せて10ヶの凹みの深さの平均値を示す。
3. Rmaxとは各測定距離内の凹みの深さの最大値を示す。
4. 比較例1、2は従来公知の技術の試料を示す。
5. 実験例1、2は後処理として H_2O_2 単独使用の例を示す。
6. 凹みの孔径は添付の電子顕微鏡写真より割り出したものである。

表1の結果を添付図面代用の電子顕微鏡写真(以下単に写真と略す)を参照しながら表1の順について説明する;

(1) 鏡面仕上げのまゝの無処理の比較例1のものは写真1の如くショット打痕、クレパス(この他写真外であるが隠蔽穴)があり、結合組織の接着を考慮した際不適である。

(2) 比較例1のものをHF処理をしたものは写真2の如く蝕蝕による多くのピットが発現するが、孔縁がシャープエッジ(白い稜線部)をなし、しており組織への刺激性を考慮する時、望ましくない。

(3) 実施例1の如く比較例2のHF処理時間を1/2とし、これに続いてHF+H₂O₂の混合液に浸漬したものは写真3のようにシャープエッジが大部分とれて(白い稜線部がボヤけてきている)尖鋭とげはない。

(4) 実施例2の如く比較例2のHF処理と同一条件とし、これに続いて上記混合液処理を行なったものは写真4の如くシャープエッジ、尖鋭とげは不在

でベストモードを示している。

(5) HF処理を実施例2の2倍時間かけて実施例2と同一の混合液処理を行なった実施例3のものは写真5の如くピット孔径が約2倍に増大すると共に大きなピットの中に小さな(1~3 μ m)のピットが認められシャープエッジ、尖鋭とげが殆どない。

(6) HFの濃度を前実施例の1/2とし同じ混合液処理をした実施例4のものは写真6に示す如く孔径の変化は小さい。シャープエッジ、尖鋭とげは若干あるがこの程度では心配に値しない。

(7) HFの濃度を実施例1~3の2倍にし混合液処理を同じにした実施例5のものは写真7の如く概ね実施例4のものと同一所見である。

(8) 後処理液としてH₂O₂水溶液単独を用い後処理時間を1分とした実験例1のものは写真8の如く孔径が減少しこれと共に多くのシャープエッジ、尖鋭とげの発現がみられる。

(9) 実験例1の後処理液を用い後処理時間を15秒とした実験例2のものは写真9より明らか

なように実験例1とほぼ同様な所見となっている。

(10) 実施例1~5に於て、HFの濃度もしくは浸漬時間を変えることによってピットの孔径(面粗度)を変えることが出来る。

以上を更にまとめると;

a) HF処理によって平滑な表面が蝕蝕されて多数のピットが形成され、続いてHFとH₂O₂との混合液による後処理によって上記ピットの稜縁が平滑にされるも、HFの濃度が低過ぎてもくシャープエッジ、尖鋭とげが復元する傾向にある。

b) 後処理液としてHFを含まずH₂O₂単独の場合は何故かシャープエッジ、尖鋭とげの消去に役立たない。

c) 前処理のHFの濃度、処理時間の調整により、ピットの孔径を変えられる。

d) 本発明法の後処理液を用いた場合、銀灰色の素地色は全て銀白色に輝いて見ばえが良好である。

(発明の効果)

本発明は叙述より理解されたように、チタンも

しくはチタン基合金製生体修復部材の埋入部表面に蝕蝕による平均孔径1~10 μ m、平均深さ0.5~5 μ mの不定形の微細な凹みを多設することによって、結合組織の当該表面に対する接着強度が優れ且つ見ばえの良い特徴を付与し得たものであり、またその蝕蝕も前処理として通常のフッ化水素酸による蝕蝕を行ない、これに後続して後処理として同フッ化水素酸と過酸化水素との混合液による処理をすればよいので方法的にも簡易で生産性がよく且つ前処理としてのHFの濃度もしくは処理時間を変えることにより表面粗さを変えることが出来る…等の優れた利益がある。

4. 図面の簡単な説明

添付図面代用写真1~9は表1の試料の順に対応する生体修復部材の表面性状を示す電子顕微鏡写真を示す。

出願人 川 原 春 幸
出願人 東 邦 チ タ ニ ウ ム 株 式 会 社
代理人 弁理士86235) 松 野 英 彦

写真 1

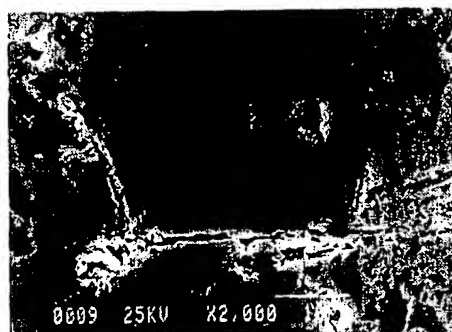


写真 2

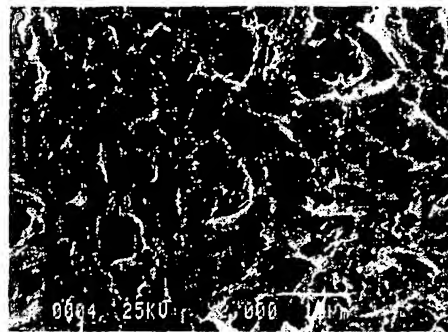


写真 3

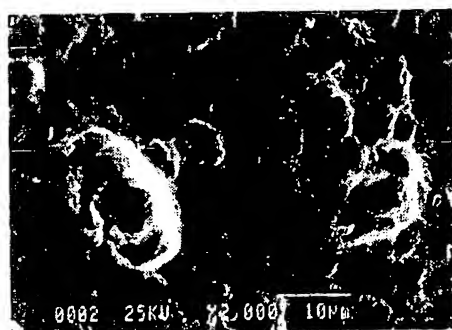


写真 4

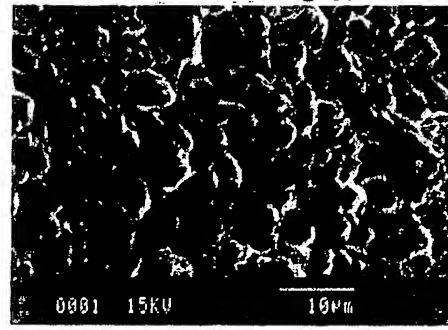


写真 5

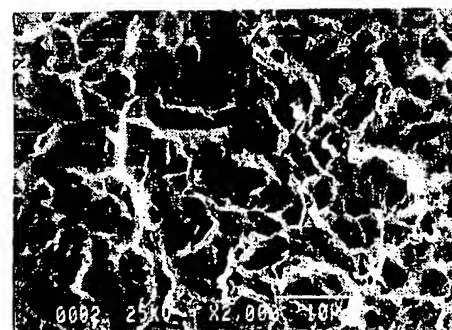


写真 6

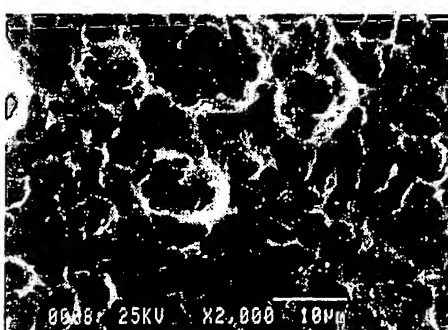


写真 7

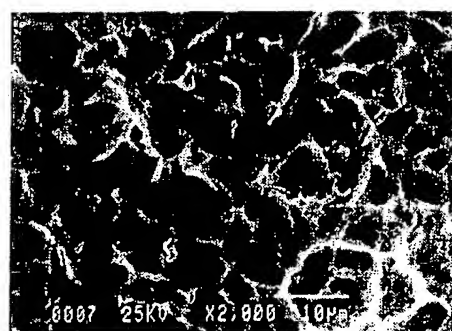
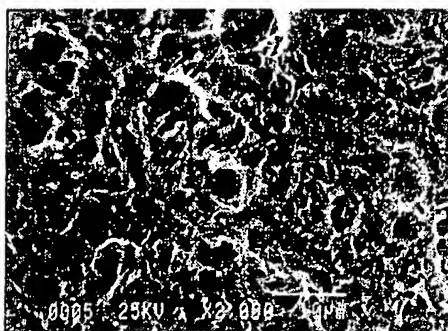
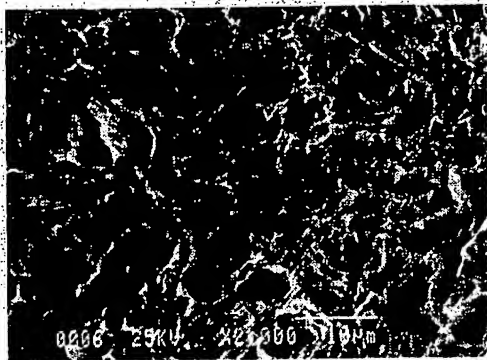


写真 8



平成2年7月25日

写真9



特許庁長官 吉田 文毅 殿

1. 事件の表示

平成1年特許願第282570号

2. 発明の名称

チタンもしくはチタン基合金製生体修復部材及びその表面処理法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 大阪府守口市東光町1丁目28

氏名 川 原 春 幸

住所 東京都港区港南2丁目13番31号

名称 東邦チタニウム株式会社

代表者 八 島 舜 一

4. 代理人 〒550

住所 大阪市西区京町堀1-12-14(天真ビル)

氏名 井理士(6235) 松 野 英 彦

06-443-4990・7559

5. 補正命令の日付

平成2年2月27日(発送日)

6. 補正の対象

明細書の「図面の簡単な説明」の欄及び「図面」。

7. 補正の内容

- (1) 「図面の簡単な説明」を別紙の通り補正する。
- (2) 別紙の通り図面の連続番号を「第1図～第9図」と補正する。

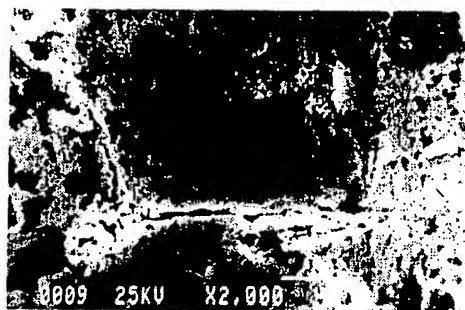
8. 添付書類の目録

- | | |
|---------------------|----|
| (1) 図面の簡単な説明(補正) | 1通 |
| (2) 図面「第1図～第9図」(補正) | 1通 |
| - 以上 - | |

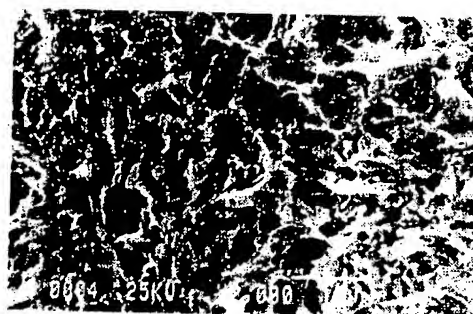
4. 図面の簡単な説明(補正)

第1図は鏡面仕上げのままの無処理の比較例1の表面の結晶の構造を示す電子顕微鏡写真(×2000)、第2図は比較例2の表面の結晶の構造を示す電子顕微鏡写真(×2000)、第3図は実施例1の表面の結晶の構造を示す電子顕微鏡写真(×2000)、第4図は実施例2の表面の結晶の構造を示す電子顕微鏡写真(×2000)、第5図は実施例3の表面の結晶の構造を示す電子顕微鏡写真(×2000)、第6図は実施例4の表面の結晶の構造を示す電子顕微鏡写真(×2000)、第7図は実施例5の表面の結晶の構造を示す電子顕微鏡写真(×2000)、第8図は実験例1の表面の結晶の構造を示す電子顕微鏡写真(×2000)、第9図は実験例2の表面の結晶の構造を示す電子顕微鏡写真(×2000)である。

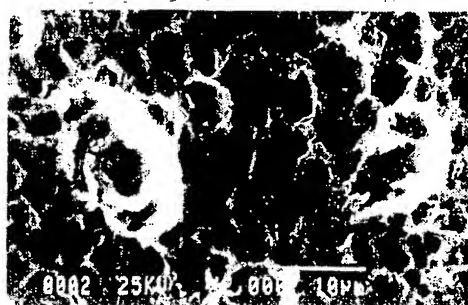
第 1 図



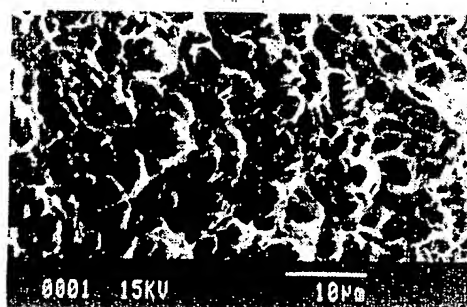
第 2 図



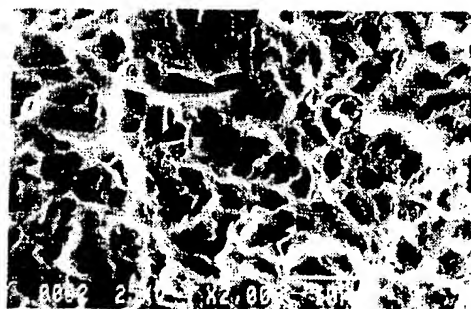
第 3 図



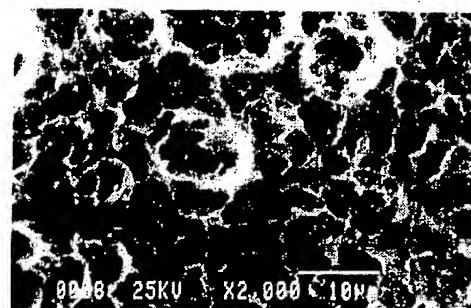
第 4 図



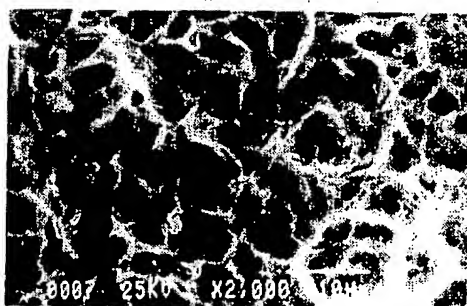
第 5 図



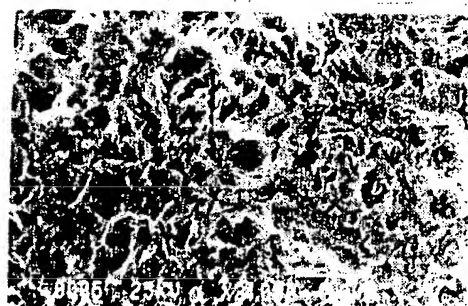
第 6 図



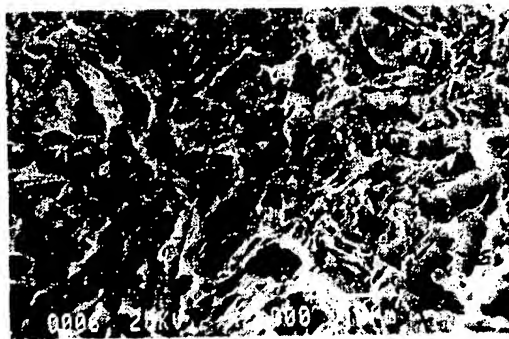
第 7 図



第 8 図



第 9 図



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.